

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-73
	Odczynniki Chlorek miedziawy	6191-115
		Grupa katalogowa X 51 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest chlorek miedziawy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Chlorek miedziawy ma:

- wzór chemiczny CuCl (lub Cu_2Cl_2)
- masę cząsteczkową 98,99 (1967)

1.2. Normy związane

- PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu
- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby oznaczania substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną
- PN-68/C-04521 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza
- PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń norma ustala dwa gatunki chlorku miedziawego oznaczane:

- cz.d.a. - czysty do analizy,
cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia chlorku miedziawego czystego do analizy:

CHLOREK MIEDZIAWY cz.d.a. BN-73/6191-115

¹⁾ Symbol wg SWW:

- dla cz.d.a. 1331-111,
dla cz. 1331-424.

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorek miedziawy powinien mieć postać szarawo-białego proszku nierozpuszczalnego w wodzie, łatwo utleniającego się na powietrzu przez co przybiera zielonkawe zabarwienie.

3.2. Wymagania chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Chlorku miedziawego (CuCl), %, nie mniej niż	97,0	94,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie, %, nie więcej niż	0,01	0,03
c) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,20	0,40
d) Metali alkalicznych oznaczanych jako siarczany, %, nie więcej niż	0,15	0,30
e) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,002	0,005
f) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,001	0,005

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Chlorek miedziawy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: Słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego i polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką lub podkładką tekturową chronioną folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego lub słoiki z polietylenu lub innego tworzywa sztucznego z nakrętką.

Masa opakowania: 100 g, 250 g, 1000 g.

Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż wyżej wymienione opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego „Polskie Odczynniki Chemiczne” dnia 29 września 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1974 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 46/1973 poz. 134)

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości chlorku miedziawego (CuCl),
- b) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasach,
- c) oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻),
- d) oznaczanie zawartości metali alkalicznych (jako siarczany),
- e) oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺),
- f) oznaczanie zawartości arsenu (As).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Ogólna masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosićco najmniej 250 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości chlorku miedziawego (CuCl)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Ałun żelazowo-amonowy cz.d.a., 10-procentowy roztwór w kwasie solnym (1 + 1).
- b) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- c) Mieszanina Reinhardta przygotowana wg PN-68/C-06500.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,3000 g badanego chlorku miedziawego rozpuścić na zimno w 30 cm³ roztworu ałunu żelazowo-amonowego w kolbie pojemności 300 cm³. Do roztworu dodać 8 cm³ mieszaniny Reinhardta, rozcieńczyć wodą destylowaną do 200 cm³ i miareczkować roztworem nadmanganianu potasowego.

Zawartość chlorku miedziawego (X) obliczyć, w %, według wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,0099 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V - objętość roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- 0,0099 - ilość chlorku miedziawego, odpowiadająca 1 cm³ 0,1n roztworu nadmanganianu potasowego, g,
- m - odważka badanego chlorku miedziawego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasach

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny (1,18) cz.d.a.
- Kwas azotowy (1,4) cz.d.a.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. 25,00 g badanego chlorku miedziawego ogrzać w 150 cm³ roztworu zawierającego 100 cm³ kwasu solnego i 50 cm³ wody. Do roztworu dodać 10 cm³ kwasu azotowego i ogrzać do wrzenia. Po 3 ÷ 5 minutowym studzeniu dodać do roztworu 50 cm³ wody, ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 1 godz i przesączyć przez tygiel szklany G4. Osad na sączku przemywać wodą do zaniku reakcji na jony Cl⁻. Przemyty osad suszyć w temperaturze 105 ÷ 110°C do stałej masy.

Badany chlorek miedziawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonego osadu nie przekracza:

- dla odczynnika cz.d.a. - 2,5 mg,
- dla odczynnika cz. - 7,5 mg.

5.3.3. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04519 oraz:

- a) α- lub β-Dwunitrofenol cz.d.a., roztwór 0,1-procentowy.
- b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego chlorku miedziawego rozpuścić, ogrzewając, w 75 cm³ wody zmieszanej z 5 cm³ kwasu solnego cz.d.a. (1,19) w kolbie pojemności 200 cm³.

Roztwór ogrzewać do wrzenia, dodając ostrożnie 20 cm³ 20-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego (zasadowa reakcja na papierku lakmusowym) i odstawić do ochłodzenia. Po ochłodzeniu uzupełnić roztwór wodą do 100 cm³, przesączyć przez sączek przemyty 1-procentowym roztworem wodorotlenku sodowego. 10 cm³ przesączu (0,1 g badanego chlorku miedziawego) umieścić w kolbie pojemności 100 cm³, dodać 2 krople roztworu α- lub β-Dwunitrofenolu, przesączyć zobojętnić roztworem kwasu solnego, dodając go kroplami do odbarwienia roztworu, po czym dodać jeszcze 1 cm³ roztworu kwasu solnego. Roztwór dopełnić wodą do 46 cm³ i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p.2.4.3 sposób A.

Badany chlorek miedziawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 30 min opalescencja nie będzie większa od opalescencji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości takie same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,2 mg SO₄²⁻,
- dla odczynnika cz. - 0,4 mg SO₄.

5.3.4. Oznaczanie zawartości metali alkalicznych (jako siarczany)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.
- b) Kwas azotowy stężony cz.d.a.
- c) Siarkowodór.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 4,00 g badanego chlorku miedziawego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 250 cm³, dodać 25 cm³ wody, ogrzewać do wrzenia, po czym dodać ostrożnie małymi porcjami 10 cm³ kwasu azotowego (przerywając wcześniej ogrzewanie). Po całkowitym rozpuszczeniu chlorku miedziawego objętość roztworu dopełnić wodą do 150 cm³, roztwór ogrzać do temperatury 70 ÷ 80°C i przepuścić przez roztwór siarkowodór do całkowitego wytrącenia miedzi. Po ochłodzeniu i odstaniu roztwór szybko przesączyć przez fałdowany

sączek uważając, aby sączek był cały czas wypełniony cieczą, co zapobiega ewentualnemu utlenieniu siarczku miedzi i przechodzeniu na skutek tego miedzi do przesączu.

Do 75 cm³ przesączu (2 g badanego chlorku miedziawego) dodać 5 cm³ roztworu kwasu siarkowego i wyprażyć do zaniku dymów kwasu siarkowego w parownicy porcelanowej lub kwarcowej z początku na łaźni wodnej, później na łaźni piaskowej. Pozostałość wyprażyć do stałej masy w temperaturze około 600°C.

Badany chlorek miedziawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonego osadu nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. - 3 mg,
dla odczynnika cz. - 6 mg.

5.3.5. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04521 p. 2.5.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. Do 10,00 g badanego chlorku miedziawego dodać 150 cm³ wody i ogrzać do wrzenia. Po zdjęciu kolby z ognia dodać ostrożnie do roztworu małymi porcjami 30 cm³ kwasu azotowego i ogrzać roztwór do wrzenia. Do roztworu dodać 20 cm³ wody, 5 g chlorku amonowego, ogrzać ponownie do wrzenia i dodać mieszając 25-procentowy roztwór amoniaku do rozpuszczenia wytrąconego osadu. Otrzymany roztwór pozostawić przez 1 godz na wrzącej łaźni wodnej, po czym przesączyć przez sączek bezpopiołowy. Sączek przemyć cieczą zawierającą 5 g chlorku amonowego i 5 cm³ 25-procentowego amoniaku w 100 cm³ wody, do zaniku niebieskiego zabarwienia na sączku, a następnie gorącą wodą do zaniku reakcji na jon chlorowy.

Osad przemyty rozpuścić na sączku w 10 cm³ kwasu solnego i przemyć 10 cm³ wody destylowanej. Przesącz rozcieńczyć do 200 cm³ w kolbie pomiarowej. Do 20 cm³ tego roztworu dodać 10 cm³ roztworu rodanku amonowego, dopełnić objętość do 50 cm³ i wymieszać.

Badany chlorek miedziawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia

roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie zawierającego w tej samej objętości 1 cm³ kwasu solnego, 10 cm³ rodanku amonowego oraz:
dla odczynnika cz.d.a. - 0,02 mg Fe³⁺,
dla odczynnika cz. - 0,05 mg Fe³⁺.

5.3.6. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04511 oraz:

- Siarczan żelazowo-amonowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy.
- Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego chlorku miedziawego umieścić w zlewce pojemności 150 cm³, dodać 25 cm³ wody i ogrzewać do wrzenia. Zdjąć zlewkę z ognia, dodać ostrożnie 5 cm³ kwasu azotowego i gotować 1 ÷ 2 min. Do gorącego roztworu dodać 2 cm³ roztworu siarczanu żelazowo-amonowego i mieszając dodawać roztwór amoniaku do całkowitego rozpuszczenia osadu zasadowej soli miedzi, a potem dodać jeszcze 2 cm³ nadmiaru amoniaku. Roztwór ogrzać do wrzenia, po czym zdjąć zlewkę z ognia i odstawić na 30 min. Otrzymany roztwór przesączyć. Zlewkę i osad na sączku przemyć 100 cm³ ciepłej wody z dodatkiem 2 cm³ roztworu amoniaku do całkowitego wymycia miedzi. Zlewkę i osad na sączku spłukać 10 cm³ ciepłego roztworu kwasu siarkowego, a dla całkowitego rozpuszczenia osadu użyć jeszcze 30 cm³ kwasu siarkowego.

Roztwór zebrać do kolby, dodać 0,5 cm³ roztworu chlorku ołowiu i 5 g cynku, kolbę szybko zamknąć korkiem i dobrze wymieszać.

Badany chlorek miedziawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po upływie 1,5 godz zabarwienie papierka bromortęciowego wywołanego przez roztwór badany nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego wywołanego przez roztwór porównawczy, przygotowany jednocześnie i zawierający w takiej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,005 mg As,
dla odczynnika cz. - 0,01 mg As

oraz takie same ilości roztworu kwasu siarkowego, chlorku ołowiu i cynku.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6191-115

1. Istotne zmiany w stosunku do PN-56/C-80081. Dostosowano metody badań do zalecenia normalizacyjnego.

Dotychczas obowiązująca PN-56/C-80081 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1974 r.

2. Zalecenia międzynarodowe RWPG PC 2668-70 - norma zgodna.